

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Youichi TEI et al.

Serial No.: 10/712,720

Group Art Unit:

Filed: November 13, 2003

Examiner:

For: MAGNETIC RECORDING MEDIUM SUBSTRATE USING THERMOPLASTIC
ALLYLOXYMETHYLSTYRENE RESIN, MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE
SUBSTRATE, AND METHOD OF MANUFACTURING THE MAGNETIC RECORDING
MEDIUM

Certificate of Mailing

I hereby certify that this paper is being deposited with the
United States Postal Service as first class mail in an
envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O.
Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on:

Date: 02/10/04

By: [Signature]
Marc A. Rossi

CLAIM FOR PRIORITY

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the
following country is hereby requested for the above-identified application and the priority
provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

JAPAN 2002 - 331198 November 14, 2002

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application is filed
herewith. It is requested that the file of this application be marked to indicate that the
requirements of 35 U.S.C. 119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office
kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

02/10/04
Date

[Signature]
Marc A. Rossi
Registration No. 31,923

Attorney Docket: FUJI:281

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年11月14日

出願番号
Application Number: 特願2002-331198

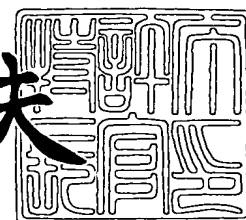
[ST. 10/C]: [JP2002-331198]

出願人
Applicant(s): 富士電機デバイステクノロジー株式会社

2004年 1月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3097387

【書類名】 特許願

【整理番号】 02P01463

【提出日】 平成14年11月14日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B29B 13/00
B29C 45/00
C08J 5/00
G11B 7/24
G11B 7/26

【発明の名称】 熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を使用した磁気記録媒体用基板、この基板を用いた磁気記録媒体並びにこの磁気記録媒体の製造方法

【請求項の数】 10

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 鄭 用一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 津田 孝一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 小林 良治

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 坂口 庄司

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077481

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】

【識別番号】 100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100106998

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 傳一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

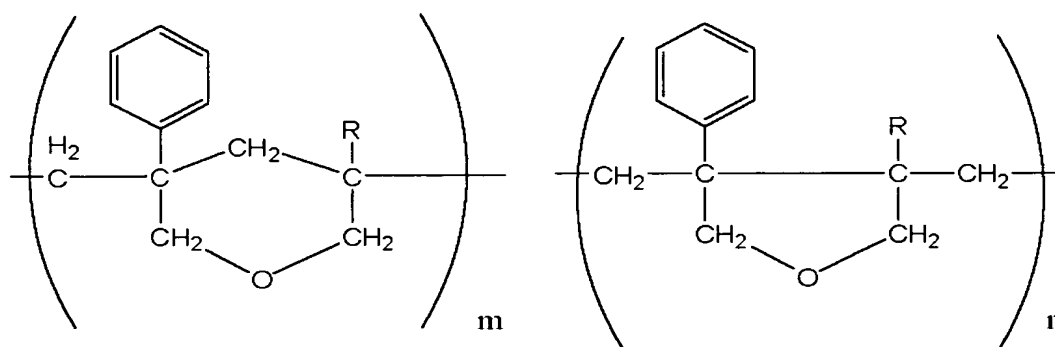
【書類名】 明細書

【発明の名称】 熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を使用した磁気記録媒体用基板、この基板を用いた磁気記録媒体並びにこの磁気記録媒体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、該熱可塑性樹脂が一般式 A または B で示される構造単位のいずれかまたは両方を有する熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【化 1】



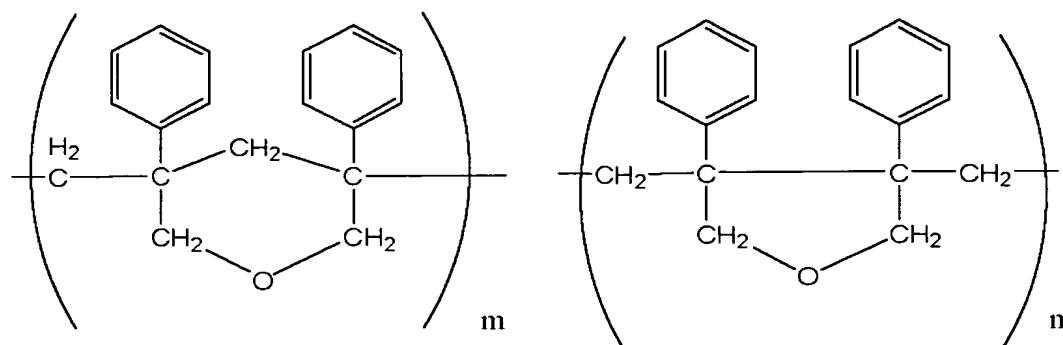
一般式 A

一般式 B

[式中、R は、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基および芳香族複素環基から選択される基であり、m および n は、0 または 1 以上の整数を表わす。ただし、m と n が同時に 0 となることはない。]

【請求項 2】 熱可塑性樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、該熱可塑性樹脂が一般式 1 または 2 (式中、m および n は 0 または 1 以上の整数を表わすが、ただし、m と n が同時に 0 となることはない。) で示される構造単位のいずれかまたは両方を有する熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【化2】

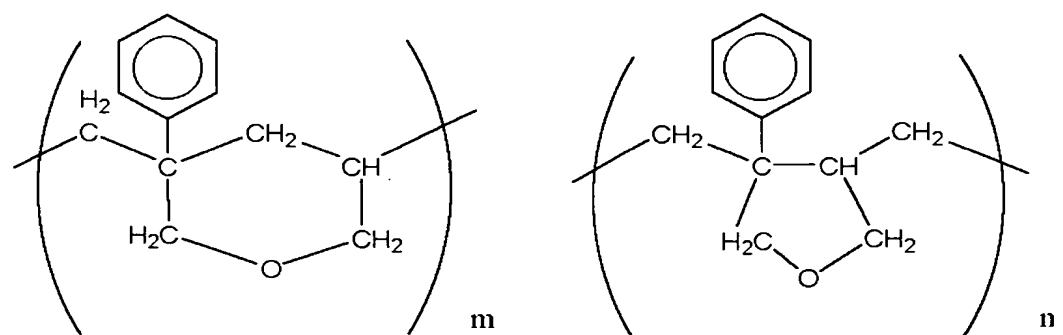


一般式 1

一般式 2

【請求項 3】 熱可塑性樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、該熱可塑性樹脂が一般式 3 または 4（式中、 m および n は、0 または 1 以上の整数を表わすが、ただし m と n が同時に 0 となることはない。）で示される構造単位のいずれかまたは両方を有する熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【化3】



一般式 3

一般式 4

【請求項 4】 請求項 2 に記載の磁気記録媒体用基板において、前記熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂の環化率が 90%以上であり、ガラス転移点 (T_g) が 180℃ < T_g < 270℃であり、加熱分解点が 360℃以上であり、水分含有率が 0.01%以下であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項５】 請求項３に記載の磁気記録媒体用基板において、熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の環化率が８０％以上であり、ガラス転移点（Ｔｇ）が１００℃以上であり、加熱分解点が３５０℃以上であり、水分含有率が０．

0 1 % 以下であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項 6】 請求項 1 から 5 に記載の磁気記録媒体用基板において、基板表面半径方向の平坦度が $12\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、真直度が $1.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、うねり (We) が 50 nm 以下であり、平均粗さ (Ra) が 0.5 nm 以下であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項 7】 請求項 2 または 4 に記載の磁気記録媒体用基板において、 80°C 、 80 \% RH の高温高湿度環境下に 500 時間放置した後の基板平坦度の形状変化が 10 \% 以下であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項 8】 基板上に少なくとも磁性層、保護層および潤滑層が形成された磁気記録媒体であって、前記基板が請求項 1 から 7 に記載の磁気記録媒体用基板であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 9】 請求項 8 に記載の磁気記録媒体において、 80°C 、 80 \% RH の高温高湿度環境下に 500 時間放置した後の基板平坦度の形状変化が 10 \% 以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 10】 請求項 1 から 5 に記載の熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を、十分に乾燥した後、該熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を射出成形し、プラスチック製磁気ディスク基板を形成する工程、該基板上に少なくとも磁性層、保護層および潤滑層を順次形成する工程とを具備することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、熱可塑性樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板、該基板を使用した磁気記録媒体および該磁気記録媒体の製造方法に関する。特に、本発明は、コンピュータの外部記憶装置およびその他のデジタルデータの各種磁気記録装置に搭載される磁気記録媒体用基板、該基板を使用した磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

磁気記録媒体を使用する記録装置の大容量化に伴って、記録密度の向上のために磁気ヘッド浮上量の低減が図られている。磁気ヘッド浮上量を低減するためには、平滑性に優れた磁気記録媒体、即ち高い表面精度を有する磁気記録媒体が要求される。例えば、従来から一般に使用されている非磁性金属基板（Al等）の場合には高度な精密加工が要求される。

【0003】

従来の非磁性金属基板からなる磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体の製造方法の一例を以下に示す。

【0004】

非磁性基板には一般的に、加熱溶融した金属材料を圧延、加熱焼純したのち、規定の寸法に加工を行ったブランク材が用いられる。このブランク材は内外経処理が施され、表面精度の向上のためのラッピング加工が行われる。この後、該ブランク材には、表面硬度を向上させるなどの目的で13 μm のNi-Pメッキ層が形成される。このNi-Pメッキ層の表面は、ポリッシュで表面粗さが $R_a = 10 \text{ \AA}$ になるように研磨され、次いで研磨表面にダイヤモンドスラリーを使用して、最終ラッピング加工が施される。得られた基板には、コンタクト・スタート・ストップ（CSS）ゾーンに、例えばパンプハイトが190 \AA 、パンプ密度が 30×30 になるようにレーザーゾーンテクスチャーが施される。次に、この基板を精密洗浄することにより、磁気記録媒体用基板が得られる。

【0005】

この磁気記録媒体用基板に、DCスパッタ法により500 \AA の下地Cr層、300 \AA のCo-14Cr-4Ta磁性層、および80 \AA のカーボン保護層を順次形成する。さらにスパッタ後の表面にテープバニッシュを行い、次にディップコート法またはスピコート法によりフッ素系潤滑層を20 \AA 形成し、磁気記録媒体を得ることができる。

【0006】

上記のような、従来の磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体の製造方法は、近年の高密度化の要求とともに一層複雑化しているのが現状である。さらに高機能を維持したままで、従来以上に安価な磁気記録媒体を提供することも要求され

ている。この相反する要求を解決する磁気記録媒体として、熱可塑性樹脂を磁気記録媒体用基板に用いた磁気記録媒体が提案されている。

【0 0 0 7】

プラスチック製磁気記録媒体用基板を成形技術によって作製し、C S S ゾーンや磁気ディスクにサーボマークをプリフォームする凹凸パターンを成形時に同時に形成する方法は、生産性に優れ工業的にも有利であり、安価な磁気記録媒体を提供することが可能である。

【0 0 0 8】

例えば、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形することにより、最適化された厚みを有し、その表面に所定形状を有する磁気記録媒体用基板と、該基板を用いた磁気記録媒体が開示されている（例えば、特許文献 1 参照）。

【0 0 0 9】

また、他の例としては、フィラーを含有するプラスチック複合材料のフィラーおよびマトリックス樹脂の種類、含有量、フィラーの粒径、磁気ディスク基板の厚さなどを最適化して磁気ディスク基板を射出成形し、この基板に磁性層を設けて得られる磁気記録媒体が開示されている（例えば、特許文献 2 参照）。

【0 0 1 0】

さらに他の例として、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を所定温度、所定時間で射出成形し、表面精度の優れる成型品、特に磁気記録媒体に用いられる基板を得る方法およびその製品が開示されている（例えば、特許文献 3 参照）。

【0 0 1 1】

【特許文献 1】

特開平 7 - 1 5 3 0 6 0 号公報（第 0 0 0 9 段から第 0 0 1 0 段）

【0 0 1 2】

【特許文献 2】

特開平 7 - 2 1 0 8 5 5 号公報（第 0 0 0 9 段から第 0 0 1 0 段）

【0 0 1 3】

【特許文献 3】

特開平 9 - 8 5 7 4 3 号公報（第 0 0 0 5 段）

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、プラスチック製磁気記録媒体用基板は、例えば合成樹脂ペレットを射出成形して製造されるが、金属性基板およびガラス等のセラミック基板と比較し、一般に引張り強度や引張り・曲げ弾性率等の機械的強度が低いため、成形時や基板離型時の応力により基板の平坦度が低下したり、数 μm レベルの凹凸状の欠陥が発生したり、微小うねりが大きくなるという問題がある。さらに熱膨張係数の大きいプラスチック製磁気記録媒体用基板は、高温環境下では形状変化が発生し、さらに吸湿性の高い基板ではさらに形状変化が助長される。これは高い表面精度が要求される磁気記録媒体用基板において問題となる。

【0015】

このような表面欠陥が存在し、平坦度が低下し且つ微小うねりを有する磁気記録媒体用基板を使用して磁気記録媒体を製造することは、ヘッドとの読み書きが行えないことや、特に、低フライングハイトヘッドを用いての連続・高速シーク時には、ヘッドの走行性が安定されず、最終的にはヘッドクラッシュを引き起こすことになり、耐久性を低下させることに繋がる。

【0016】

また、所定の形状特性や表面精度を保持したプラスチック製磁気記録媒体用基板だったとしても高温高湿環境下（例えば80℃、80%RH、500時間）では基板の形状変化が増大し、前述の耐環境安定性低下に基づく不具合が発生させることになる。

【0017】

一方、プラスチック製磁気記録媒体用基板の材料としては、ポリカーボネート樹脂、ポリメチルメタアクリレート樹脂のようなものが使用されるが、これら以外にも、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を使用することができる。しかし、光ディスク基板に使用されているポリカーボネート樹脂やポリメチルメタアクリレート樹脂は吸湿による変形や熱による変形が発生し不适当である。また、熱可塑性ノルボルネン系樹脂は、耐熱性、低吸湿性、形状安定性の点で比較的優れた特性を有し、優れた磁気記録媒体用基板を提供できるが、この樹脂も上述のような問題

を有している。

【0018】

本発明は、かかる実状を鑑みてなされたものである。本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を進めた結果、既存のプラスチック材料を用いて、完全に上記問題を解決するのは不可能であり、従って、ガラス転移点 T_g が高く、熱安定性が高く、形状安定性に優れ、耐湿性に優れ且つ射出成形として十分な流動性を保持した新規なプラスチック材料を用いることが必要であることが判明した。本発明はこのような観点から、新規な熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を見出した。

【0019】

本発明の目的は、上記熱安定性や形状安定性および耐湿性に優れた熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を用いて、表面の欠陥や微小うねり等の表面精度に優れ、さらに形状安定性等の信頼性に優れたプラスチック製磁気記録媒体用基板を提供することにある。

【0020】

また、本発明の別の目的は、上記プラスチック製磁気記録媒体用基板を用いた磁気記録媒体を提供することにある。

【0021】

特に、本発明は、表面欠陥や微小うねりが極めて少ない、高精度な表面を保持し、且つ高温高湿環境下での形状安定性に優れた高環境信頼性を保持したプラスチック製磁気記録媒体用基板を用いた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0022】

また、本発明の別の目的は上記磁気記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

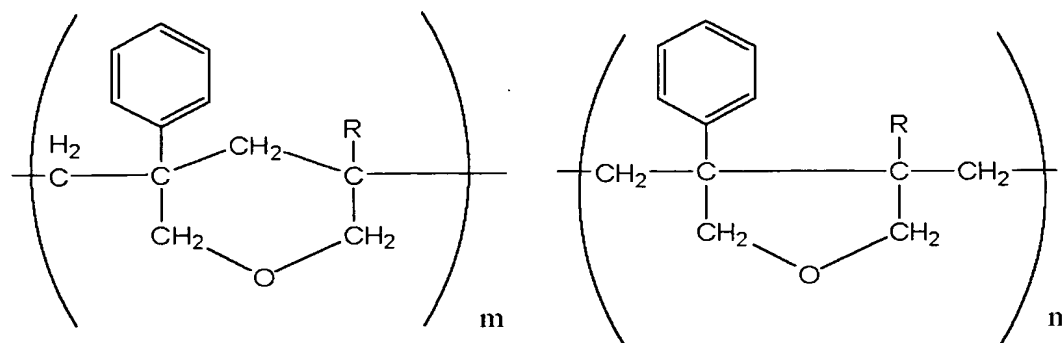
【0023】

【課題を解決するための手段】

本発明者は上記目的を達成するために鋭意研究を進めた結果、以下に示す本発

明を完成した。即ち、本発明の第一は、アリロキシメチルスチレン系樹脂を用いたプラスチック製磁気記録媒体用基板に関する。

【化 4】



一般式A

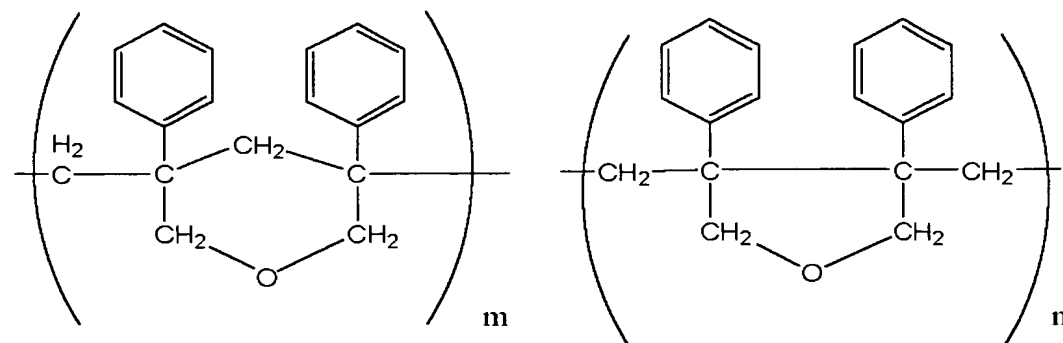
一般式B

【0024】

本発明において、アリロキシメチルスチレン系樹脂は、上記一般式A若しくは一般式Bで示される構造単位を繰り返し単位とする熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、または、繰り返し単位として両構造単位を含む熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂である。ここで、Rはアルキル基、シクロアルキル基、アリール基および芳香族複素環基から選択される基である。また、mおよびnは、0または1以上の整数を表わすが、mとnが同時に0となることはない。本発明のプラスチック製磁気記録媒体用基板は、この樹脂の組成、不純物、環化率を一定範囲内に制御したアリロキシメチルスチレン系樹脂を用いて、射出成形して得られる。

【0025】

【化 5】



一般式 1

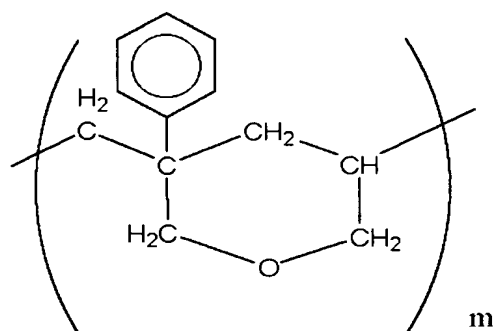
一般式 2

【0026】

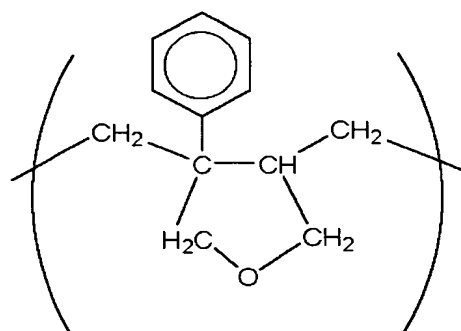
具体的には、上記一般式 1 若しくは一般式 2 で示される構造単位を繰り返し単位とする熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂、または、繰り返し単位として両構造単位を含む熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂、並びに、

【0027】

【化 6】



一般式 3



一般式 4

【0028】

上記一般式 3 若しくは一般式 4 で示される構造単位を繰り返し単位とする熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂、または、繰り返し単位として両構造単位を含む熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を見出し、この樹脂の組成、不純物、環化率を一定範囲内に制御したフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂またはアリロキシメチルスチレン樹脂を用いて、射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板に関する。

【0029】

本発明の第二は、上記磁気記録媒体用基板を用いた磁気記録媒体に関する。

【0030】

具体的には、本発明の第二は、熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板に少なくとも磁性層、保護層および潤滑層が形成された磁気記録媒体である。該磁気記録媒体は、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を用いた基板か

らなる磁気記録媒体に耐環境信頼性テストとして 8 0 ℃、8 0 % R H の高温高湿度環境下に 5 0 0 時間放置したときの基板平坦度の形状変化が 1 0 % 以下であることを特徴とする。

【0 0 3 1】

さらに、本発明の第三は、上記磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0 0 3 2】

本発明の基板および磁気記録媒体により前記目的が達成できる。

【0 0 3 3】

さらに具体的には、第一の発明の第一の形態は、新規な熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板に関する。該基板の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂は、そのガラス転移温度 (T_g) が $180^\circ\text{C} < T_g < 270^\circ\text{C}$ 、好ましくは $200^\circ\text{C} < T_g < 270^\circ\text{C}$ である。さらに該熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂は射出成形時の熱安定性の要求から、一般式 1 または 2 の当該物質は、環化率が 9 0 % 以上であり、加熱分解点が 360°C 以上であることが好ましい。

【0 0 3 4】

また、本発明では、該熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂から得られた磁気ディスク基板またはこの基板より構成される磁気記録媒体を高温高湿度環境下に放置した時の基板の膨潤による形状の変化を抑制するために、上記樹脂の水分含有量は 0. 0 1 % 以下であることが好ましい。

【0 0 3 5】

第一の発明の第二の形態は、新規な熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板に関し、該熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂のガラス転移温度 (T_g) が 100°C 以上であることを特徴とする。さらには該熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂は射出成形時の熱安定性から、一般式 3 または 4 で表される当該物質は、環化率が 8 0 % 以上、好ましくは 8 8 % 以上であり、加熱分解点が 350°C 以上であることが好ましい。

【0 0 3 6】

該熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂から得られた磁気ディスク基板またはこの基板より構成される磁気記録媒体は、高温高湿環境下に放置したときの基板膨潤による形状変化を抑制する観点から、その水分含有量が0.01%以下であることが好ましい。

【0037】

また、第一の発明では、熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板は、その基板半径方向の平坦度が $12\mu\text{m}$ 以下であり、真直度が $1.2\mu\text{m}$ 以下であり、うねり(Wa)が 50nm 以下であり、平均粗さ(Ra)が 0.5nm 以下であることが好ましい。

【0038】

本発明では、熱可塑性樹脂は熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、特に新規なフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂またはアリロキシメチルスチレン樹脂である。これらの樹脂は、ガラス転移点(Tg)が高く、高温下での形状の変化が少なく、熱安定性に優れ、且つ耐湿性に優れる。従って、これらの熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂またはアリロキシメチルスチレン樹脂から調製される磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体も優れた特性を有する。

【0039】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

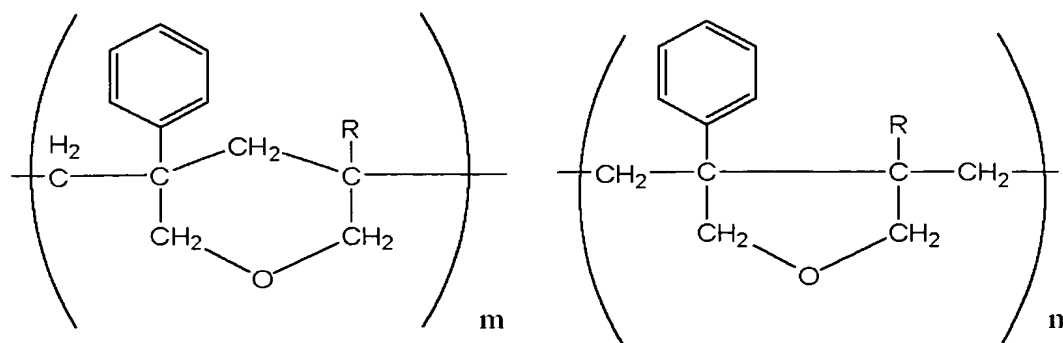
【0040】

まず、本発明で使用する熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂の概要について説明する。

本発明で使用する熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂は下記一般式Aまたは一般式Bで表される繰り返し構造単位のいずれかまたは両方を有する。

【0041】

【化 7】



一般式A
【0042】

一般式B

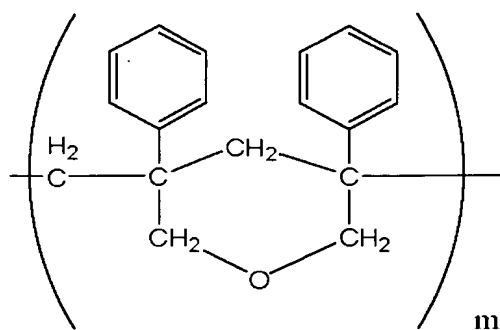
本発明では、Rは、以下のものに限定されないが、例えば水素、メチル、エチルなどのアルキル基、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどのシクロアルキル基、フェニル、ナフチルなどのアリール基、ピリジル、フリルなどの芳香族複素環基などを挙げることができる。本発明の効果を奏するものであれば、一般式Aおよび一般式B中のフェニル基は任意に置換されていてもよい。置換基としては、メチル、エチルなどの低級アルキル基などを挙げることができる。

【0043】

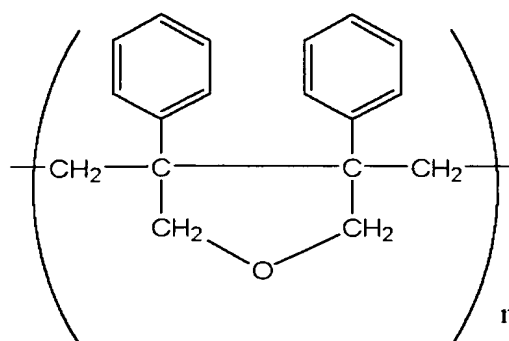
本発明で使用する熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂は、1500～3000、好ましくは2000～2500、より好ましくは3000～2000の数平均分子量を有する。

【0044】

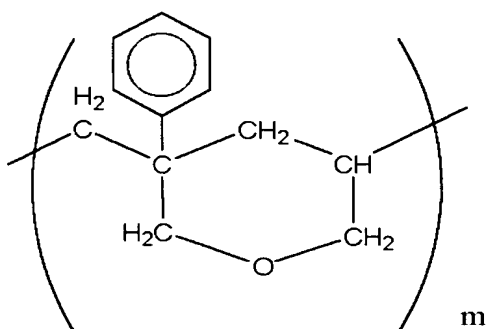
【化 8】



一般式 1

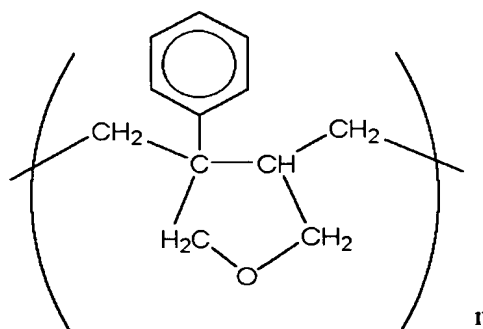


一般式 2



一般式 3

【0045】



一般式 4

好ましくは、本発明で使用する熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂は、上記一般式 1 から一般式 4 の構造単位を有する。本明細書において、一般式 1 および 2 のアリロキシメチルスチレン系樹脂をフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂と称し、一般式 3 および 4 のアリロキシメチルスチレン系樹脂をアリロキシメチルスチレン樹脂と称する。なお、上記一般式 1～4 を構造単位として含む、本発明で使用するフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂において、m および n は、0 または 1 以上の整数であるが、m と n が同時に 0 となることはない。また、フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂は 1500～30000、好ましくは 2000～25000、より好ましくは 3000～20000 の数平均分子量を有する。

【0046】

熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂の環化率は合成時における重合開始剤の種類や添加量、さらに重合温度や重合時間によって制御可能である。しかし、熱可塑性樹脂としての所定のガラス転移点 (T_g) や熱安定性を保持するためには、得られた熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂の環化率は、80%以上であることが必要である。具体的には、得られた熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂の環化率は90%以上であることが必要であり、さらに望ましくは99%以上であることが必要である。また、熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の環化率は80%以上であることが必要であり、さらに望ましくは88%以上であることが必要である。

【0047】

熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂の環化率が低いと、ポリマーの繰り返し単位中に環化されていないペンダントオレフィン構造単位が多く含まれることになり、その結果、ポリマー分子の低分子量化とともに、熱可塑性樹脂としてのガラス転移点 (T_g) や熱安定性が低下し、さらには射出成形された成形品についても、機械強度、熱安定性、形状安定性、および所定の表面精度が得られないという不具合が発生する。

【0048】

熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂のガラス転移点 (T_g) は分子量や環化率等によって変化するが、 T_g が100℃以上である。具体的には、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂並びにアリロキシメチルスチレン樹脂のガラス転移点 (T_g) は分子量や環化率等によって変化するが、環化率が90%以上に制御された熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂においては、 $180^{\circ}\text{C} < T_g < 270^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $200^{\circ}\text{C} < T_g < 270^{\circ}\text{C}$ であり、環化率が80%以上、好ましくは88%以上に制御された熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂においては、 T_g が100℃以上であり、本発明では、このような範囲のガラス転移点 (T_g) であることが好ましい。この範囲のガラス転移点を保持した熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂またはアリロキシメ

チルスチレン樹脂を射出成形して得られた成形品は、十分な機械強度、熱安定性、形状安定および所定の表面精度を保持することが出来る。

【0049】

また、熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂の加熱分解点も前述の環化率等によって変化するが、350℃以上であることが好ましい。より具体的には、例えば、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂の加熱分解点も前述の環化率等によって変化するが、環化率が90%以上に制御された熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂においては加熱分解点は360℃以上であり、環化率が80%以上、好ましくは88%以上に制御された熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂においては加熱分解点は350℃以上であり、本発明では、このような加熱分解点を持つ樹脂であることが好ましい。このような樹脂は、射出成形時の高温熔融下においても熱安定性に劣る低分子量成分の変質が起こらず、その結果、射出成形後の成形品の表面に数 μ m～数十 μ mサイズの欠陥も発生せず、十分な表面精度を保持することが出来る。

【0050】

本発明では、加熱分解点は、例えば以下のように求めることができる。試料5 \pm 0.5mgを秤量し、測定装置として熱重量(TG)分析装置[N₂(流量200ml/分)下、温度：30～600℃(昇温速度：例えば10℃/分)]で測定した0.5%熱重量減温度を加熱分解点として求める。

【0051】

また、熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂の水分含有量の水分含有量は、主に当該樹脂の化学構造に由来する要因が大きい。本発明の熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂は、水分含有量0.01%以下であることが好ましい。例えば、本発明で好ましく使用できる熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂並びにアリロキシメチルスチレン樹脂は、構造ユニット中に極性官能基が無く、且つ環状フェニルアリロキシメチルスチレン構造および環状アリロキシメチルスチレン構造のような環状の立体構造が重合された低吸湿構造を有しており、このため樹脂の水分含有量を低く抑えることができるのである。従って、上述

の環化率や加熱分解点に構造、組成、物性等が制御された熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂においては、水分含有量 0. 0 1 % 以下を保持することが出来る。このことは、射出成形で得られた成形品において、例えば高温高湿度下に放置する耐環境安定性試験において、吸湿に伴う形状の変化が認められず、且つ高温高湿から低温低湿への結露試験においても成形品表面に欠陥の発生が認められないことに繋がり、結果として耐環境信頼性の高い成形品を得ることができる。

【 0 0 5 2 】

本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂には、所望により、フェノール系やリン系などの老化防止剤、フェノール系などの熱劣化防止剤、ベンゾフェノン系やヒンダードアミン系などの紫外線安定化剤、アミン系などの帯電防止剤、脂肪族アルコールのエステルなどの滑剤などの各種添加剤を添加してもよい。また本発明の目的を損なわない範囲で、他の樹脂（例えば、ノルボルネン系ポリオレフィン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリメチルメタアクリレート樹脂など。）を混合して用いることもできる。また、機械的強度をさらに改良することを目的としてチタン、シリコンなどのフィラーを添加することも出来る。

【 0 0 5 3 】

上述の添加剤が配合された熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂並びに熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂は、磁気記録媒体用基板として必要とされる耐熱性（熱安定性）、耐湿性、強度剛性、耐環境安定性などの物性および特性に関して、配合される添加剤の添加量が少ないため、このような添加剤を添加しない熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂と実質的に同じものとみなすことができる。

【 0 0 5 4 】

次に本発明に係わるプラスチック製磁気記録媒体用基板について説明する。

【 0 0 5 5 】

本発明のプラスチック製磁気記録媒体用基板は、上述の熱可塑性アリロキシメ

チルスチレン系樹脂、特に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を使用し、射出成形法により形成される。熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂は、射出成形に使用する前に乾燥させて、これらの中に含有されている N_2 、 O_2 、 H_2O 等の大気溶存ガスや、揮発性の低分子のアリロキシメチルスチレン系樹脂、例えば低分子フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および低分子アリロキシメチルスチレン樹脂や合成時の不純物等を十分除去しておくことが望ましい。

【0056】

乾燥方法としては、真空乾燥単独または常圧乾燥と真空乾燥を併用した方法を用いることができる。真空乾燥の真空度は 20 Pa 以下であり、乾燥温度は $80\sim 150^\circ\text{C}$ であり、乾燥時間は $12\sim 48$ 時間であり、この範囲で選択すればよいが、本発明はこれに限定されない。また常圧乾燥の雰囲気は大気中であっても N_2 雰囲気中であっても構わない。さらに該乾燥方法により、樹脂ペレットに含有される大気ガス成分が、 $N_2: 20\text{ ppm}$ 以下、 $O_2: 20\text{ ppm}$ 以下、 $H_2O: 1\text{ ppm}$ 以下となり、さらに低分子のアリロキシメチルスチレン系樹脂や合成時の不純物等の揮発性成分の和が 1 ppm 以下となることが望ましい。

【0057】

このように予め樹脂中に含有される揮発性成分を乾燥により十分に除去した熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を用いて射出成形することで、本発明のプラスチック製磁気記録媒体用基板を得ることができる。具体的には、市販の射出成形装置にスタンパーを固定した金型を用い、所定の樹脂温度、射出速度、型締圧力を用い、さらに金型温度として固定側／可動側をそれぞれ適切な温度に設定して射出成形を行えば良い。例えば、射出成形の条件として、樹脂温度を 360°C 、射出速度を 170 mm/s 、型締圧力を 70 kg/cm^2 に設定することができる。また金型温度は、例えば固定側／可動側= $150^\circ\text{C}/150^\circ\text{C}$ に設定することができる。このような条件下で、例えば、略 $\phi 95\text{ mm}\times 1.27\text{ mm}$ の磁気記録媒体用基板を製造することができる。

【0058】

特に、本発明で好ましく使用できる熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレ

ン樹脂は、ガラス転移点が 180°C 以上、好ましくは 200°C 以上と高く且つ、加熱分解点も 360°C 以上と高い、高耐熱射出成形用樹脂である。従って、従来の熱可塑性射出成形用樹脂と比較し、樹脂温度や金型温度を高く設定できるという特徴を有している。また本発明で好ましく使用できる熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂は、ガラス転移点はあまり高くないものの、加熱分解点は 350°C 以上と十分に高く、高耐熱射出成形用の樹脂である。従って、従来の熱可塑性射出成形用樹脂と比較し、射出成型時の樹脂温度を高く設定できるという特徴を有している。一般に射出成形用樹脂は、射出加熱筒内で $250^{\circ}\text{C}\sim 380^{\circ}\text{C}$ でスクリーで粉砕・溶融され、金型キャビティー内へ射出される。その後、樹脂は金型キャビティー内で内周から外周に向かって流動・充填され、金型表面側から冷却・固化され、磁気記録媒体用基板へと成形される。従って、使用する熱可塑性樹脂の加熱分解点が高い程、加熱筒内の樹脂温度も高く設定でき、またガラス転移点 (T_g) が高い程、金型温度を高く設定することができる。即ち、樹脂温度が高く且つ金型温度が高い程、金型キャビティー内へ射出される樹脂の溶融粘度を低く維持することができ、従来樹脂より流動性の高い状態で、磁気記録媒体用基板を成形することができる。

【0059】

このように高流動状態から成形された磁気記録媒体用基板の表面精度は非常に高い。例えば、基板表面の半径方向の平坦度が $12\mu\text{m}$ 以下であり、真直度が $1.2\mu\text{m}$ 以下であり、うねり (W_a) が 50nm 以下であり、平均粗さ (R_a) が 0.5nm 以下である、十分な表面精度を保持した磁気記録媒体用基板を得ることができる。

【0060】

次に本発明に係わる磁気記録媒体について説明する。

【0061】

本発明の磁気記録媒体は、前記アリロキシメチルスチレン系樹脂を用いて射出成形により製造された磁気記録媒体用基板を使用する。本発明では、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を使用することが好ましい。以下の説明では、熱可塑性フェニルアリロキシメ

チルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を使用した場合を例に取り説明するが、本発明はこれに限定されない。

【 0 0 6 2 】

図 1 に本発明の磁気記録媒体の一態様を示す。図 1 は本発明の磁気記録媒体の概略構造断面図である。

【 0 0 6 3 】

本発明では、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を前記の方法で乾燥し、射出成形して得られたプラスチック基板を基板 1 として使用する。その上に中間層 2、非磁性下地層 3、磁性層 4、保護層 5 および液体潤滑層 6 を順次形成し、磁気記録媒体とする。前記中間層 2、非磁性下地層 3、磁性層 4、保護層 5 および液体潤滑層 6 は、従来から使用されている材料を使用することができる。具体的には、中間層 2 は、例えば T i よりなる金属層であり、非磁性下地層 3 は、例えば C r よりなる下地層であり、磁性層 4 は C o 合金、例えば強磁性合金である C o - C r - P t、C o - C r - T a などであり、保護層 5 は、例えばカーボン保護層などであり、更に液体潤滑層 6 はパーフルオロポリエーテル系潤滑剤のようなフッ素系潤滑剤等である。

【 0 0 6 4 】

本発明の磁気記録媒体を図 1 により説明したが、この構造は一例であり、磁気記録媒体の目的に応じて種々の変更が可能である。例えば、本発明では、中間層 2 を設けなくてもよい。

【 0 0 6 5 】

また、形状は本発明の磁気記録媒体を使用する機器に合わせることができ、特に限定されない。例えば、H D D に使用されるような磁気記録媒体であれば円盤状の記録媒体であればよい。

【 0 0 6 6 】

このような前記熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して得られたプラスチック基板を用いた磁気記録媒体は、他の熱可塑性樹脂を用いて得られたプラスチック基板を用

いた磁気記録媒体では実現不可能な、熱に対する高い形状安定性を保持している。

【 0 0 6 7 】

一般に射出成形して得られたプラスチック基板は、特に高温環境下では、射出成形時に基板に発生した残留応力の影響により形状変化を起こすことが知られている。この残留応力は以下のような現象で発生する。

【 0 0 6 8 】

射出成形の樹脂充填時に、金型表面で冷やされ固化された樹脂（基板の表面側）とキャビティ中心部（基板のバルク）を高温で流れる樹脂との間で温度勾配ができ、それに伴い樹脂に速度勾配ができる。このとき基板の表面側と金型との界面でせん断応力が働き、からまりあった分子が流れ方向（半径方向）に伸ばされ、その後、冷却時にこれらは配向することなく固化する。一方、キャビティ中心部（基板のバルク）では温度および速度勾配は少ないので、樹脂の流れる方向（半径方向）へ分子が良く配向することになる。

【 0 0 6 9 】

この基板表面のスキン層とバルクの間で、樹脂分子の配向性の差が大きい基板ほど、基板厚み方向でのクリープ特性が悪くなり、且つ基板表面近傍には残留応力が発生することになる。

【 0 0 7 0 】

このような残留応力の大きい磁気ディスク基板を、高温高湿（例えば 8 0 ℃、8 0 % R H）環境下に放置すると、湿度の影響も加わって基板の変形がさらに増加し、磁気ディスク基板としての形状安定性を維持することができなくなる。

【 0 0 7 1 】

上記の現象に鑑み、基板表面のスキン層とバルクの樹脂分子の配向性の差を極力発生させないことが好ましい。

【 0 0 7 2 】

即ち、プラスチック基板を用いた磁気記録媒体の形状安定性を向上させるためには、適性な構造および物性を保持したプラスチック材料を用い、適性な成形条件で成形された基板を使用して磁気記録媒体を製造することが好ましい。特に、

このようにして製造された磁気記録媒体用基板は、基板表面の残留応力が極めて少なく、80℃、80%RHのような高温高湿下においても、基板の形状変化量が10%以下に抑制される。本発明では、このようなプラスチック基板を用いることにより、優れた特性を有する磁気記録媒体が得られることを見出した。

【0073】

ここで適性な構造とは、環状構造を有する三次元的に剛直な立体化学的構造であり、適性な物性とは、機械的強度の特性と密接に関連する高ガラス転移点（高T_g）および高流動成形を可能にする高い熱安定性（加熱分解点が高い）を有することであり、さらに吸湿による膨潤や変形が少ない低吸湿性を兼ね備えることである。本発明で使用する上記熱可塑性樹脂はこのような条件を満たす。具体的には、例えば、ガラス転移点が180℃～270℃、好ましくは200℃～270℃と高く、加熱分解点が360℃以上と高く、吸水率が0.01%以下と低い、本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂が該当し、本発明ではこの樹脂が最も好ましい。また適正な成形条件とは、残留応力の発生を抑制出来る高流動成形条件である。具体的には樹脂熔融温度が高く、金型温度が高い上述のような成形条件である。

【0074】

次に、本発明の磁気記録媒体の製造方法について説明する。本発明の製造方法は、熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を乾燥する工程、乾燥された熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を射出成形し、プラスチック製磁気記録媒体用基板を形成する工程、該基板上に少なくとも磁性層、保護層および液体潤滑層を順次形成する成膜工程とを具備する。

【0075】

本発明の磁気記録媒体の製造方法では、前記アリロキシメチルスチレン系樹脂を用いて磁気記録媒体用基板を製造し、これを用いて磁気記録媒体を製造する。本発明の製造方法では、先に説明した熱可塑性アリロキシメチルスチレン系樹脂を使用する。本発明の製造方法では、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を使用することが好ましい。以下の説明では、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂または熱可塑

性アリロキシメチルスチレン樹脂を使用した場合を例に取り説明するが、本発明はこれに限定されない。

【0076】

本発明の製造方法において、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の乾燥工程、および、プラスチック製磁気記録媒体用基板を形成する工程は、上述のような乾燥方法および射出成形方法により行われる。従って、以下では、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の合成方法の概略、および、成膜工程について説明する。

【0077】

熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の合成方法の概略は、以下の通りである。

【0078】

フェニルアリロキシメチルスチレンモノマーは、 α -ヒドロキシメチルスチレン 2 重量部と α -ブロモメチルスチレン 1 重量部に、例えば相間移動触媒としてテトラノルマルブチルアンモニウムブロマイドを混合し、ジクロロメタンのようなハロゲン化炭化水素溶媒と水のような水性溶媒を用い、塩基性条件下、一定温度で 50 時間以上反応させることで得ることができる。ここで得られた生成物からフェニルアリロキシメチルスチレンモノマーを分離精製する。

【0079】

フェニルアリロキシメチルスチレンモノマーの合成に用いることができる他の相間移動触媒としては、例えばテトラノルマルブチルアンモニウムクロライド、クラウンエーテル + KCl、クラウンエーテル + KBr がある。クラウンエーテルの例としては、18-Crown-6、トリベンゾ-18-Crown-6、ジシクロヘキシル-18-Crown-6、ジベンゾ-18-Crown-6 などがある。

【0080】

さらに熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂の重合は以下の通りである。

【0081】

重合管に所定量のフェニルアリロキシメチルスチレンモノマーと例えば 2, 2'-アゾビスイソブチロニトリルやクメンヒドロペルオキシド等の重合開始剤を混合し、窒素雰囲気下で封管後、あるいは凍結-脱気-融解の操作を所定時間数回繰り返し、真空下で封管後、所定温度で数時間静置して重合を行い、その後急冷することで熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を得ることができる。反応は無溶媒で行うことができる。得られた樹脂は、沈殿剤のメタノールに投入し、析出した樹脂を濾過などにより分離すればよい。

【0082】

熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂の重合で利用できる他の重合開始剤はアゾ化合物および過酸化物である。具体的には、例えばアゾ化合物では、2, 2'-アゾービス-2-メチルブチロニトリル、2, 2'-アゾービス-2-メチルバレロニトリル、2, 2'-アゾービス-2, 3-ジメチルブチロニトリル、2, 2'-アゾービス-2-メチルヘキサニトリル、2, 2'-アゾービス-2, 4-ジメチルバレロニトリル、2, 2'-アゾービス-2, 3, 3-トリメチルブチロニトリル、2, 2'-アゾービス-2-メチルヘプタンニトリル、2, 2'-アゾービス-2-シクロプロピルプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-シクロペンチルプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-ベンジルプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-(4-ニトロベンジル)プロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-シクロブチルプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-シクロヘキシルプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-(4-クロロベンジル)プロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-エチル-3-メチルバレロニトリル、2, 2'-アゾービス-2-イソプロピル-3-メチルバレロニトリル、2, 2'-アゾービス-2-イソブチル-4-メチルバレロニトリル、1, 1'-アゾービス-1-シクロヘキサニトリル、1, 1'-アゾービス-1-シクロブタンニトリル、2, 2'-アゾービス-2-カルボメトキシプロピオニトリル、2, 2'-アゾービス-2-カルボエトキシプロピオニトリルがある。過酸化物の例としては、メチルエチルケトンペルオキシド、シクロヘキサノンペルオキシド、ビス-(1-オキシシク

ロヘキシル) ペルオキシド、アセチルペルオキシド、カプリリルペルオキシド、ラウロイルペルオキシド、ステアロイルペルオキシド、ベンゾイルペルオキシド、p, p'-ジクロロ-過酸化ベンゾイル、(2, 4, 2', 4'-テトラクロロ) 過酸化ベンゾイル、ジ-*t*-ブチルペルオキシド、ジ-*t*-アミルペルオキシド、*t*-ブチル-*o*-ミルペルオキシド、ジ-*o*-ミルペルオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(*t*-ブチルペルオキシド)-ヘキサン、*t*-ブチルヒドロペルオキシド、*p*-メンタンヒドロペルオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジヒドロペルオキシド-ヘキサン、クメンヒドロペルオキシド、*t*-ブチルペルアセテート、*t*-ブチルペルイソブチレート、*t*-ブチルペルピバレート、*t*-ブチルペルベンゾエート、ジ-*t*-ブチルペルフタレート、2, 5-ジメチル(2, 5-ベンゾイルペルオキシ)-ヘキサン、*t*-ブチルペルマレエート、*i*-プロピルペルカーボネート、*t*-ブチルペルオキシ-*i*-プロピルカーボネート、琥珀酸ペルオキシドがある。

【0083】

次に、本発明の熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の合成方法概要について説明する。

【0084】

アリロキシメチルスチレンモノマーは、 α -ヒドロキシメチルスチレン1重量部と臭化アリル10重量部に、例えば相間移動触媒としてテトラノルマルブチルアンモニウムブロマイド0.5重量部を混合し、ジクロロメタンのようなハロゲン化炭化水素溶媒と水のような水性溶媒を用い、塩基性条件下、一定温度で50時間以上反応させることで得ることができる。ここで得られた生成物からアリロキシメチルスチレンモノマーを分離精製する。なお、アリロキシメチルスチレンモノマーで利用できる相間移動触媒の例は、先にフェニルアリロキシメチルスチレンモノマーの合成法で述べたものと同じである。

【0085】

さらに熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の重合は以下の通りである。

【0086】

重合管に所定量のアリロキシメチルスチレンモノマーと例えば2, 2'-アゾ

ビスイソブチルニトリルやクメンヒドロペルオキシド等の重合開始剤を混合し、窒素雰囲気下で封管後、あるいは凍結－脱気－融解の操作を所定時間数回繰り返す、真空下で封管後、所定温度で数時間静置して重合を行い、その後急冷することで熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を得ることができる。反応は、無溶媒で行うことができる。得られた樹脂は、沈殿剤のメタノールに投入し、析出した樹脂を濾過などにより分離すればよい。なお、アリロキシメチルスチレンモノマーで利用できる重合開始剤の例は、先に熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂の合成法で述べたものと同じである。

【0087】

プラスチック製磁気記録媒体用基板の上面に磁気記録を可能とする層構造を積層する工程（成膜工程）は、この基板上に中間層2をスパッタ法で形成し、次いで、この中間層2上に非磁性下地層3を形成し、その上に磁性層4および保護層5を順次形成する。この後、溶媒で希釈した潤滑剤を前記保護層5の表面に塗布する。前記非磁性下地層3はCr層であり、前記磁性層4はCo-14Cr-4Ta合金層であることが好ましい。

【0088】

非磁性下地層3、磁性層4および保護層5は、これらが例えばCr非磁性下地層、Co-14Cr-4Ta磁性合金層およびカーボン層である場合、スパッタ法によって形成することができる。また、保護層5がカーボン保護層である場合、通常のグラフアイトを主体としたカーボン保護層であってもDLC保護層であってもよく、またカーボン保護層に窒素を添加してもよい。また、潤滑層6は、ディップコート法、スピンコート法等により塗布することができ、潤滑剤はパーフロロポリエーテルを好適に使用することができ、特にアウジモント製ZDOLやAM200.1、ダイキン工業製DEMNUM-SA, SPであることが好ましい。

【0089】

これらの中間層2、非磁性下地層3、磁性層4、保護層5および潤滑層6の厚さは通常の磁気記録媒体で用いられる厚さである。

【0090】

なお、上記の構成は本発明を限定するものではない。例えば、本発明においては、中間層 2 を設けなくてもよい。

【0091】

【実施例】

以下実施例に沿って、本発明をさらに詳細に説明する。

(調製例 1)

フェニルアリロキシメチルスチレンモノマーの合成

α -ブロモメチルスチレンを 193 g (1 mol)、 α -ヒドロキシメチルスチレンを 262 g (2 mol)、ジクロロメタン 1000 ml、テトラノルマルブチルアンモニウムプロマイド 15 g を混合し氷浴で冷却しながら、そこに水酸化ナトリウム 140 g (3.5 mol) を水 1000 ml に溶かしたものを滴下し、活発に攪拌しながら 50 時間反応させた後、水層をジクロロメタンで洗浄した。ジクロロメタンを取り除き、140℃、0.4 mmHg の減圧蒸留により 100 g の生成物 A を得た。得られた生成物は混合物であるため、ヘキサン/ジクロロメタン展開液を用いてカラムクロマトグラフィーで分離精製し、フェニルアリロキシメチルスチレンモノマーを得た。

【0092】

(調製例 2)

フェニルアリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂 1）の合成

パイレックス（登録商標）ガラス製の重合管に調製例 1 で得たフェニルアリロキシメチルスチレンモノマー 100 ml と重合開始剤 2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル (AIBN) 0.006 mol を取り、窒素雰囲気下で封管後、あるいは凍結-脱気-溶解の操作を 30 分、40 分、50 分の 3 回行い、真空下で封管後、恒温槽中 60℃ で、24 時間静置して重合を行った。重合の停止は重合管を氷で急冷することにより行った。その後、沈殿剤のメタノールに投入し、白色粉末状のポリマーを得た。沈殿したポリマーをガラスフィルターで濾別し、メタノールを除去し、真空乾燥機で 48 時間以上乾燥してフェニルアリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂 1）を得た。得られたポリマーの $^1\text{H-NMR}$ スペクトルで検出されるフェニルプロトンの吸収強度とペンダントオレフィンの吸収強

度の比から樹脂 1 の環化率は 90% であった。また、DSC 分析から求めたガラス転移点 (T_g) は 220℃ であり、TG 分析より求めた加熱分解点は 360℃ であった。さらに TDS 分析より本ポリマーの含有水分量は 0.008% であった。分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) により測定し、その数平均分子量 (M_n) は 14000 であった。このポリマーは、一般式 1 および一般式 2 の繰り返し単位を有するコポリマーである。

【0093】

なお、加熱分解点の測定は、熱重量分析装置を用いて測定した 0.5% 熱重量減温度を加熱分解点として求めた。測定条件は、以下の通りである。

測定装置：熱重量分析装置（セイコーインスツルメンツ（株）製「TG/D TA220」）

試料量：5 ± 0.5 mg

N₂ 流量：200 ml / 分

測定温度：30 ~ 600℃

昇温速度：10℃ / 分

【0094】

調製例 2 に従って、フェニルアリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂 2 および樹脂 3）を調製した。

【0095】

得られた樹脂 1 から樹脂 3 を表 1 にまとめた。樹脂 2 および樹脂 3 において、環化率、 T_g 、加熱分解点、および含有水分量は、上記調製例と同様にして測定した。

【0096】

（調製例 3）

アリロキシメチルスチレンモノマーの合成

臭化アリルを 233 g (1.9 mol)、 α -ヒドロキシメチルスチレンを 26 g (0.2 mol)、ジクロロメタンを 1000 ml、テトラノルマルブチルアンモニウムブロマイドを 3.4 g (0.01 mol)、および水を 290 ml 混合したものに水酸化ナトリウム 39 g を溶解した水酸化ナトリウム水溶液を混

合し、50℃で50時間加熱還流させ反応させた。反応後、水層と有機層を分離し、水層をエーテル抽出した後、エーテル層と有機層を混合して硫酸マグネシウムで一夜間乾燥した。乾燥剤を濾別後、エーテルを留去して、残液を0.2 mm Hg 減圧下、54℃において蒸留し、24 gの生成物Bを得た。得られた生成物には不純物が認められたため、シクロヘキサン／クロロホルム展開液を用いてカラムクロマトグラフィーで分離精製し、アリロキシメチルスチレンモノマーを得た。

【0097】

(調製例4)

アリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂4）の合成

パイレックス（登録商標）ガラス製の重合管に調製例3で得たアリロキシメチルスチレンモノマー100 mlと重合開始剤2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル (AIBN) 0.006 molを取り、窒素雰囲気下で封管後、あるいは凍結-脱気-溶解の操作を30分、40分、50分の3回行い、真空下で封管後、恒温槽中60℃において24時間静置して重合を行った。重合の停止は重合管を氷で急冷することで行った。その後沈殿剤のメタノールに投入し、白色粉末状のポリマーを得た。沈殿したポリマーをガラスフィルターで濾別し、メタノールを除去し、真空乾燥機で48時間以上乾燥してアリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂4）を得た。得られたポリマーのH-NMRスペクトルで検出されるフェニルプロトンの吸収強度とペンダントオレフィンの吸収強度の比より環化率は88%であった。また、DSC分析から求めたガラス転移点 (T_g) は110℃であり、TG分析より求めた加熱分解点は350℃であった。さらにTDS分析より本ポリマーの含有水分量は0.006%であった。分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) により測定し、その数平均分子量 (M_n) は5500であった。このポリマーは、一般式1および一般式2の繰り返し単位を有するコポリマーである。

【0098】

調製例4に示す方法に従って、アリロキシメチルスチレンポリマー（樹脂5）を調製した。

【0099】

得られた樹脂（樹脂4および樹脂5）を表1に示した。樹脂5において、環化率、T_g、加熱分解点、および含有水分量（含水量）は、上記調製例と同様に測定した。

【0100】

【表1】

	重合反応温度 および時間	重合開始剤 ^{a)}	環化率 (%)	T _g (°C)	加熱分解点 (°C)	含有水分量 (%)	数平均分子量 (M _n)
樹脂1	60°C 24時間	AIBN	90	220	360	0.008	14000
樹脂2	120°C 24時間	CHP	96	250	380	0.008	18100
樹脂3	140°C 9時間	CHP	99	265	400	0.008	12700
樹脂4	60°C 24時間	AIBN	88	110	350	0.006	5500
樹脂5	120°C 24時間	CHP	96	100	370	0.006	3000
a) AIBN: 2, 2'-アゾビスイソプロピロニトリル。CHP: クメンヒドロペルオキシド。							

【0101】

(実施例1)

上記調製例2に従って調製した、環化率が90%、ガラス転移温度（T_g）が220°Cであり、加熱分解点が360°C以上である熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂（樹脂1）を、20Pa以下の減圧下で140°C真空乾燥24時間行い、引き続きN₂ パージ下120°Cにおいて、常圧下で15時間乾燥を行い、樹脂中に含有する大気ガス成分が、N₂: 20ppm以下、O₂: 20ppm以下、H₂O: 1ppm以下であり、さらに低分子量のフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂や合成時の不純物等の揮発性成分の和が1ppm以下となる乾燥済フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂1を得た。

【0102】

次にこの十分に乾燥した樹脂を使用し、市販されている最大射出成形圧力70

t の射出成形装置を用いて射出成形した略 $\phi 90\text{ mm} \times 1.27\text{ mm t}$ の磁気記録媒体用基板 I を得た。

【0103】

射出成形は、前記射出成形装置にスタンパーを固定した金型を用い、射出成形の条件として樹脂温度を 360°C 、射出速度を 170 mm/s 、型締圧力を 70 kg/cm^2 、金型温度：固定側／可動側 = 150°C ／ 150°C で行なった。

【0104】

(実施例 2)

環化率が 96%、ガラス転移温度 (T_g) が 250°C であり、加熱分解点が 380°C 以上である熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂 2 を用いたこと以外は実施例 1 と同様に乾燥し、引き続き射出成形を行い磁気記録媒体用基板 I I を得た。

【0105】

(実施例 3)

環化率が 99%、ガラス転移温度 (T_g) が 265°C であり、加熱分解点が 400°C 以上である熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂 3 を用いたこと以外は実施例 1 と同様に乾燥し、引き続き射出成形を行い磁気記録媒体用基板 I I I を得た。

【0106】

(実施例 4)

環化率が 88%、ガラス転移温度 (T_g) が 110°C であり、加熱分解点が 350°C 以上である熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂 4 を、 20 Pa 以下の減圧下で 140°C 真空乾燥 24 時間行い、引き続き N_2 パージ下 120°C 常圧乾燥 15 時間行い、樹脂中に含有する大気ガス成分が、 N_2 : 20 ppm 以下、 O_2 : 20 ppm 以下、 H_2O : 1 ppm 以下となり、さらに低分子アリロキシメチルスチレン樹脂や合成不純物等の揮発組成成分の和が 1 ppm 以下となる乾燥済フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂 4 を得た。

【0107】

次にこの十分に乾燥した樹脂を使用し、市販されている最大射出成形圧力 70

t の射出成形装置を用いて射出成形した略 $\phi 90\text{ mm} \times 1.27\text{ mm t}$ の磁気記録媒体用基板 I V を得た。

【0108】

射出成形は、前記射出成形装置にスタンパーを固定した金型を用い、射出成形の条件として樹脂温度を 350°C 、射出速度を 170 mm/s 、型締圧力を 70 kg/cm^2 、金型温度：固定側／可動側 $= 100^\circ\text{C} / 100^\circ\text{C}$ で行なった。

【0109】

(実施例 5)

環化率が 96%、ガラス転移温度 (T_g) が 100°C であり、加熱分解点が 370°C 以上である熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂 5 を用いたこと以外は実施例 4 と同様に乾燥し、引き続き射出成形を行い磁気記録媒体用基板 V を得た。

【0110】

(実施例 6)

前記実施例 1 で得た磁気記録媒体用基板 I 上に DC スパッタ法により下地 Cr 層 500 \AA 、Co-14Cr-4Ta 磁性層を 300 \AA 、カーボン保護層を 80 \AA と順次形成し、さらにスパッタ後の表面にテープバニッシュを行い、フッ素系潤滑剤 (アウジモント製 FOMBLIN Z-DOL 等) をスピコート法で 20 \AA 形成し、磁気記録媒体 a を得た。

【0111】

(実施例 7)

前記実施例 2 で得た磁気記録媒体用基板 I I を用いたこと以外は実施例 6 と同様にし、磁気記録媒体 b を得た。

【0112】

(実施例 8)

前記実施例 3 で得た磁気記録媒体用基板 I I I を用いたこと以外は実施例 6 と同様にし、磁気記録媒体 c を得た。

【0113】

(実施例 9)

前記実施例 4 で得た磁気記録媒体用基板 I V を用いたこと以外は実施例 6 と同様にし、磁気記録媒体 d を得た。

【0 1 1 4】

(実施例 1 0)

前記実施例 5 で得た磁気記録媒体用基板 V を用いたこと以外は実施例 6 と同様にし、磁気記録媒体 e を得た。

【0 1 1 5】

(比較例 1)

樹脂を市販の熱可塑性ノルボルネン系樹脂（日本ゼオン株式会社製「Z E O N E X 2 8 0」）を使用し、実施例 1 と同様な樹脂乾燥、射出成形を行い、磁気記録媒体用基板 V I を得た。

【0 1 1 6】

(比較例 2)

樹脂を市販の熱可塑性ポリカーボネート樹脂（帝人化成株式会社製「パンライ ト A D 5 5 0 3」）を使用し、実施例 1 と同様な樹脂乾燥、射出成形を行い、磁気記録媒体用基板 V I I を得た。

【0 1 1 7】

(比較例 3)

比較例 1 の磁気記録媒体用基板 V I に実施例 6 と同様な成膜処理を施し、磁気記録媒体 f を得た。

【0 1 1 8】

(比較例 4)

比較例 2 の磁気記録媒体用基板 V I I に実施例 6 と同様な成膜処理を施し、磁気記録媒体 g を得た。

【0 1 1 9】

[特性の評価]

実施例 1 ～ 5 および比較例 1 ～ 2 で作製された磁気記録媒体用基板の平坦度および基板半径方向の真直度（P a）、うねり（W a）および平均粗さ（R a）を評価した。

【0120】

尚、平坦度はフラットネステスター「FT-12 (Nidec 製)」で求め、真直度、うねり、および粗さは非接触光学式表面粗さ計「Chapman (Chapman 社製)」により求めた。

【0121】

結果を実施例 1～5 で用いた熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂 1～3 並びに熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂の環化率、ガラス転移点 (Tg)、加熱分解点、水分含有率と併せて表 2 に示す。

【0122】

【表 2】

磁気記録媒体用基板の表面精度

	環化率 (%)	Tg (℃)	加熱分解点 (℃)	水分含有 率(%)	平坦度 (μ m)	真直度 (μ m)	ケリ Wa (nm)	粗さ Ra (nm)
実施例 1	90	220	360	0.008	10	1.00	40	0.5
実施例 2	96	250	380	0.008	9	0.93	35	0.4
実施例 3	99	265	400	0.008	8	0.75	25	0.2
実施例 4	88	110	350	0.006	12	1.20	50	0.5
実施例 5	96	100	370	0.006	12	1.15	45	0.5
比較例 1	-	135	340	0.010	15	1.38	75	0.7
比較例 2	-	125	320	0.150	18	2.05	145	1.3

【0123】

この結果より、本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して得られた磁気記録媒体用基板（実施例 1～5）は、比較例 1 および 2 の市販の熱可塑性樹脂で射出成形して得られた磁気記録媒体用基板と比較し、平坦度が低く、真直度、うねりおよび粗さの小さい、表面精度に優れた磁気記録媒体用基板となることがわかる。従って、本発明により、上記特性の優れた磁気記録媒体を得ることができる。

【0124】

これは、実施例 1～5 の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂が、比較例 1～2 の市販の熱可塑性樹脂と比較し、材料物性として、350℃以上と極めて高い加熱分解点を有し、耐

熱性の高い射出成形用樹脂であるため、従来の熱可塑性射出成形用樹脂と比較し、樹脂温度 350℃ 以上の高い流動性射出成形条件下でも十分な表面精度や表面安定性を具備した磁気記録媒体用基板を提供できるためである。これにより、十分な表面精度や表面安定性を具備した磁気記録媒体を得ることが可能となる。

【0125】

また、次に実施例 6～10、比較例 3～4 で得られたプラスチック基板を用いた磁気記録媒体を 80℃、80%RH 環境中に 500 時間放置し、その前後での平坦度およびその変化率を表 3 に示す。

【0126】

【表 3】

磁気記録媒体形状変化率（80℃、80%RHで500時間放置）							
	環化率 (%)	Tg (℃)	加熱分解点 (℃)	水分含有 率 (%)	放置前 平坦度 (μm)	放置後 平坦度 (μm)	放置前後 形状変化率 (%)
実施例 6	90	220	360	0.008	10	11.0	10.0
実施例 7	96	250	380	0.008	9	9.7	7.8
実施例 8	99	265	400	0.008	8	8.2	2.5
実施例 9	88	110	350	0.006	12	14.0	16.6
実施例 10	96	100	370	0.006	12	14.0	16.6
比較例 3	-	135	340	0.010	15	18.0	20.0
比較例 4	-	125	320	0.150	18	24.0	33.3

【0127】

この結果より、本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を用いた磁気記録媒体用基板から得られた実施例 6～8 の磁気記録媒体は、比較例 3～4 の市販の熱可塑性樹脂を用いて得られた磁気記録媒体と比較し、高温高湿下での形状変化が非常に小さく、耐環境形状安定性に優れた磁気記録媒体であることがわかる。従って本発明によれば、耐環境形状安定性に優れた磁気記録媒体を得ることができる。

【0128】

これは、実施例 1～3 の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂は比較例 1～2 の市販の熱可塑性樹脂と比較し、材料物性として、ガラス転移点が 1

80℃以上、好ましくは200℃以上と非常に高く且つ、加熱分解点も360℃以上と高い、耐熱性の高い射出成形用樹脂であるため、従来の熱可塑性射出成形用樹脂と比較し、樹脂温度360℃や金型温度150℃という高い温度で射出成形が可能であることによる。即ち、本発明によれば、基板の残留応力の発生を抑制できる（即ち高温放置下でも形状安定性に優れる。）高流動性射出成形条件で基板を製造することができ、このため十分な表面精度や形状安定性を具備した磁気記録媒体用基板を得ることができ、最終的に十分な表面精度や形状安定性を具備した磁気記録媒体を得ることができる。

【0129】

さらに、実施例1～5で用いた熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂および熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂は比較例1～2で用いた市販の熱可塑性樹脂と比較し、吸水量も極めて低い材料であるため、高湿放置下であっても吸湿による基板の膨潤に基づく形状変化も極めて少ない磁気記録媒体用基板となる。このため形状安定性に優れた磁気記録媒体用基板を得ることができ、最終的に形状安定性の優れた磁気記録媒体を得ることができる。

【0130】

また実施例1～3の同一構造の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂であっても、環化率がより高く、ガラス転移温度（ T_g ）がより高く、且つ加熱分解点がより高い樹脂、即ち耐熱特性のより高い熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を用いると、平坦度がより低く、真直度、うねりおよび粗さがより小さい、表面精度のさらに優れた磁気記録媒体用基板が得られ、結果として高温高湿下に放置した場合でも形状の変化が極めて少ない磁気記録媒体を得ることができる。

【0131】

従って、磁気記録媒体用基板として十分な表面精度と言える平坦度 $12\mu\text{m}$ 以下、基板表面半径方向の真直度が $1.2\mu\text{m}$ 以下で、うねり（ W_a ）が 50nm 以下であり、平均粗さ（ R_a ）が 0.5nm 以下の磁気記録媒体用基板を得るための熱可塑性射出成形用樹脂は、本発明のフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂およびアリロキシメチルスチレン樹脂でのみ実現でき、さらに80℃、80%

RHの環境下に500時間放置した場合の耐環境試験においてもその形状変化率を10%以下に抑制した磁気記録媒体を得るための熱可塑性射出成形用樹脂は、本発明のフェニルアリロキシメチルスチレン樹脂で実現可能である。即ち、構成単位が、環状構造を有し、剛直な三次元立体化学構造であり、機械的強度特性と密接に関連する高ガラス転移点（高T_g）および高流動成形を可能にする高い熱安定性（加熱分解点が高い）を保持し、さらに吸湿による膨潤や変形が少ない低吸湿性を兼ね備えた本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂で優れた磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体を得ることができる。

【0132】

具体的には、環化率が90%以上であることにより、ポリマー中の剛直な三次元立体構造の比率が高く、その結果として物性的にガラス転移点（T_g）が180℃～270℃、好ましくは200℃～270℃と高く、且つ、加熱分解点が360℃以上と高く、さらに吸水率が0.01%以下と低い、実施例1～3の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂を用いることにより、本発明の優れた磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体を得ることができる。

【0133】

さらに、本発明の磁気記録媒体の製造方法は、上述のような高精度で高信頼性である磁気記録媒体を、大量且つ安価に生産することが可能である。

【0134】

【発明の効果】

本発明によれば、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂並びにアリロキシメチルスチレン樹脂から表面特性に優れる磁気記録媒体用基板並びに磁気記録媒体が提供できる。

【0135】

また、本発明磁気記録媒体用基板は、本発明の熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂並びにアリロキシメチルスチレン樹脂を射出成形して作製され、基板表面上の凹凸の欠陥が極めて少なく、さらに基板表面の真直度、うねり、表面粗さなどが極めて小さい高精度な表面を有する。

【0136】

さらに、本発明の磁気記録媒体は、80℃、80%RHの高温高湿環境下に500時間放置した場合でも形状変化の少ない耐環境安定性に優れた高い信頼性を有している。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の磁気記録媒体の概略断面図である。

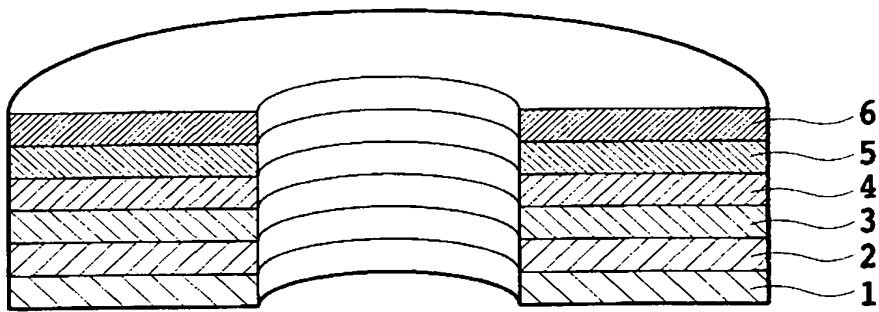
【符号の説明】

- 1 プラスチック基板
- 2 中間層
- 3 下地層
- 4 磁性層
- 5 保護層
- 6 潤滑層

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 熱安定性や形状安定性および耐湿性に優れた熱可塑性樹脂を用いて、表面精度に優れ、形状安定性等の信頼性に優れたプラスチック製磁気記録媒体用基板を提供すること、および該基板を用いた磁気記録媒体を提供すること。

【解決手段】 本発明は、熱可塑性フェニルアリロキシメチルスチレン樹脂（１）または熱可塑性アリロキシメチルスチレン樹脂（２）を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、前記（１）の環化率が９０％以上、ガラス転移点（ T_g ）が $180^{\circ}\text{C} < T_g < 270^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $200^{\circ}\text{C} < T_g < 270^{\circ}\text{C}$ 、加熱分解点が 360°C 以上、水分含有率が０．０１％以下であり、前記（２）の環化率が８０％以上、好ましくは８８％以上、ガラス転移点（ T_g ）が 100°C 以上、加熱分解点が 350°C 以上、水分含有率が０．０１％以下であるプラスチック製磁気記録媒体用基板、および該基板を用いた磁気記録媒体に関する。

【選択図】 図１

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【整理番号】 02P01463
【提出日】 平成15年11月 7日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2002-331198
【承継人】
 【識別番号】 503361248
 【氏名又は名称】 富士電機デバイステクノロジー株式会社
【承継人代理人】
 【識別番号】 100088339
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 篠部 正治
 【電話番号】 03-5435-7241
【提出物件の目録】
 【物件名】 権利の承継を証明する書面 1
 【援用の表示】 特願 2 0 0 3 - 3 2 5 9 4 9 の出願人名義変更届（一般承継）に
 添付した会社分割承継証明書
 【物件名】 承継人であることを証明する書面 1
 【援用の表示】 特願 2 0 0 2 - 2 9 8 0 6 8 の出願人名義変更届（一般承継）に
 添付した登記簿謄本
【包括委任状番号】 0315472



特願 2 0 0 2 - 3 3 1 1 9 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 2 3 4]

- | | |
|----------|------------------------|
| 1. 変更年月日 | 1 9 9 0 年 9 月 5 日 |
| [変更理由] | 新規登録 |
| 住 所 | 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 |
| 氏 名 | 富士電機株式会社 |
| | |
| 2. 変更年月日 | 2 0 0 3 年 1 0 月 2 日 |
| [変更理由] | 名称変更 |
| 住 所 | 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 |
| 氏 名 | 富士電機ホールディングス株式会社 |

特願 2 0 0 2 - 3 3 1 1 9 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 3 3 6 1 2 4 8]

1. 変更年月日

2 0 0 3 年 1 0 月 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号

氏 名

富士電機デバイステクノロジー株式会社